

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-125519  
(43)Date of publication of application : 21.05.1993

(51)Int.CI. C23C 10/52

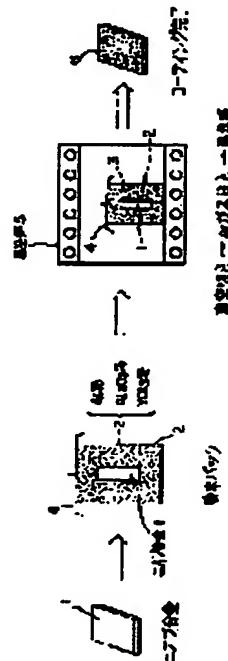
(21)Application number : 03-131195 (71)Applicant : FUJI HEAVY IND LTD  
(22)Date of filing : 03.06.1991 (72)Inventor : YAMAMOTO MITSUNORI

## (54) METHOD FOR DIFFUSION COATING TREATMENT OF NIOBIUM ALLOY

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To improve the oxidation resistance of an Nb alloy by burying an Nb alloy in a diffusion coating treating agent contg. Al powder and yttrium halide powder and executing heat treatment in a nonoxidizing atmosphere.

**CONSTITUTION:** An Nb alloy 1, e.g. constituted of about 99% Nb and about 1% Zr is buried in a diffusion coating treating agent 3 in a ceramic vessel 2. This diffusion coating treating agent 3 is preferably constituted, e.g. of about 10 to 40% coating agent Al powder, about 2 to 20% activator YCl<sub>3</sub> powder and about 40 to 88% sintering preventing agent Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder. Next, this vessel 2 is covered with a cap 4 and is charred to the inside of a vacuum furnace 5, and the atmosphere in the furnace is regulated to a nonoxidizing one of an Ar gas or the like under atmospheric pressure. In this state, the above powder pack is subjected to heating treatment for 3 to 15hr to about 900 to 1200° C and is subjected to diffusion coating treatment. In this way, a product 6 in which coating constituted of an Nb-Al intermetallic compound is formed on the surface layer of the above Nb alloy 1 can be obt'd. In this product 6, an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> layer is formed in the air of a high temp., by which its oxidation resistance is made excellent.



BEST AVAILABLE COPY

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-125519

(43)公開日 平成5年(1993)5月21日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>  
C 23 C 10/52

識別記号  
8116-4K

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1(全6頁)

(21)出願番号 特願平3-131195

(22)出願日 平成3年(1991)6月3日

(71)出願人 000005348

富士重工業株式会社

東京都新宿区西新宿一丁目7番2号

(72)発明者 山本光紀

東京都新宿区西新宿一丁目7番2号 富士  
重工業株式会社内

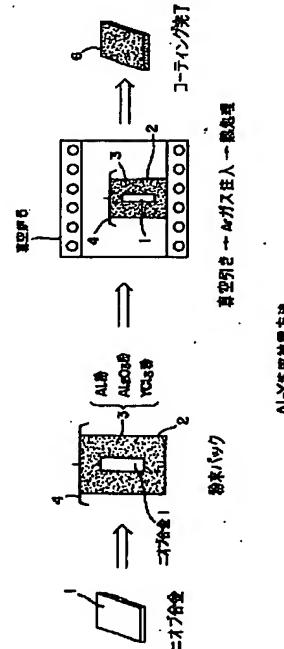
(74)代理人 弁理士 佐藤一雄 (外3名)

(54)【発明の名称】 ニオブ合金の拡散被覆処理法

(57)【要約】

【目的】 ニオブ合金の耐酸化性を改善してそれを大気中で高温部材として用い得るようにする方法を提供することである。

【構成】 ニオブ合金をアルミニウム粉末とハロゲン化イットリウム粉末を含む拡散被覆剤中に埋め込んで非酸化性雰囲気中で加熱することを特徴とする、ニオブ合金の拡散被覆処理法。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】ニオブ合金をアルミニウム粉末とハロゲン化イットリウムの粉末を含む拡散被覆処理剤中に埋め込んで非酸化性雰囲気中で加熱処理することを特徴とするニオブ合金の拡散被覆処理法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は新規なニオブ合金の拡散被覆処理法、より詳細には、ニオブ合金に粉末バック法によりアルミニウム、イットリウム拡散被覆処理を行わないニオブ合金の耐酸化性を改善しようとするものである。

## 【0002】

【従来の技術】アルミニウムをベースとした粉末バック法による拡散被覆処理は、例えば特開昭56-81668号公報（耐熱合金のA1コーティング法）に認められるように、主に耐熱合金（Ni基、Cr基、Fe基等）に対して耐酸化性及び耐食性の改善を目的として行なわれてきた。

【0003】アルミニウムの拡散被覆処理法は通常被覆剤（アルミニウム粉末等）、焼結防止剤（酸化アルミニウム等）、活性剤（塩化アンモニウム等）の混合粉末からなる拡散被覆処理剤（バック剤）をセラミック容器中に充填し、その混合粉末中に処理さるべき耐熱合金の基材を埋込んで非酸化性雰囲気中で適切な温度で熱処理することにより行なわれる。この処理により基材表面に基材金属とアルミニウムとの間の金属間化合物が形成されこれにより基材の耐酸化性と耐食性が改善される。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】ニオブ合金は高融点金属であるため耐熱性に優れており、高温部位で用いられている。しかしこの合金は酸化により形成される酸化ニオブが安定した保護被膜でなく從って著しい酸化の進行が生じるため高温部位での適用箇所が真空中及び不活性雰囲気中などに限定されていた。

【0005】ニオブ合金の耐酸化性の改善を図るため、たとえば上記の如き他の耐熱合金のアルミニウム拡散被覆処理を同様に実施しても十分な改善は得られなかつた。その他の研究例は乏しくその効果も明らかでない。

【0006】かくて本発明は上記の如き問題点を解決して、ニオブ合金の耐酸化性を改善し、以てニオブ合金を大気中で高温部材として使用し得るようにする方法を提供することを目的とするものである。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者は鋭意、実験、研究を重ねた結果、上記拡散被覆処理剤中にハロゲン化イットリウムを含有せしめてその処理剤中にニオブ合金を埋め込んで加熱処理することにより、かかる目的を達成しうることを見出して本発明に至つたものである。

## 【0008】よって、本発明はニオブ合金を、アルミニ

ウム粉末とハロゲン化イットリウムの粉末を含む拡散被覆剤中に埋め込んで非酸化性雰囲気中で熱処理することを特徴とする、ニオブ合金の拡散被覆処理法を提供するものである。

【0009】本発明方法を図面を参照しつつ詳しく述べる。

【0010】図1において、1は処理さるべきニオブ合金材料であり、これを一定大きさ、容量のセラミック容器2の中に充填された拡散被覆処理剤（バック剤）3の中に埋めこむ。この拡散被覆処理剤3には被覆剤であるアルミニウム粉末と活性剤であるハロゲン化イットリウム、たとえば塩化イットリウムの粉末が含まれ、この外たとえば焼結防止剤として酸化アルミニウム粉末等が含まれる。これら各粉末は通常重量でアルミニウム粉末約10～40%、酸化アルミニウム約40～88%、ハロゲン化イットリウム約2～20%の割合で合計が100%になるように混合するのが好ましい。

【0011】このようにしてニオブ合金材料1をバック剤3中に埋め込んで容器2にフタ4を施した後これを真空炉5中に入れ、真空引き後、アルゴン等不活性ガスにより置換する。その後大気圧にて3～15時間900～1200°Cに加熱して拡散被覆処理するとコーティングされた製品6が得られる。

【0012】これを図2について説明すると、ニオブ合金7を上記のように拡散被覆処理するとハロゲン化アルミニウム、たとえば塩化アルミニウムガスが発生しそのガスがニオブ合金中のニオブと置換反応しアルミニウムがニオブ合金表面に析出する。その後アルミニウムとニオブが相互拡散しニオブ合金表面にニオブ・アルミニウム系金属間化合物8が形成される。この金属間化合物8は高温で大気中にさらされると、選択酸化により表面に酸化アルミニウム9を形成し、この酸化物が緻密な保護被覆となり、耐酸化性が改善される。

【0013】本発明では活性剤としてハロゲン化イットリウム、たとえば塩化イットリウムを使用したので、アルミニウムとイットリウムを同時にニオブ合金上に析出させ、イットリウムを含んだニオブ・アルミニウム系金属間化合物を形成させる。この状態で酸化されると酸化アルミニウム層9とニオブ・アルミニウム系金属間化合物8との界面にアルミニウムとイットリウムとの複酸化物或はイットリウム酸化物10等が形成され、酸化アルミニウム層9の密着性が改善される。

【0014】従って、アルミニウムとイットリウムとの複合添加によりアルミニウムのみの単独添加の場合よりもさらに耐酸化性を向上させることができる。

【0015】上記の如きにしてニオブ合金をアルミニウム拡散被覆処理して適切なニオブ・アルミニウム系金属間化合物を得るに最適な拡散被覆処理剤中の三成分の配合比は図3の三角図表において点a, b, c, dを結ぶ線で囲まれた四角形の領域内に入るるものである。

【0016】以下に実施例を示す。

【0017】

【実施例】処理されるニオブ合金材料はNb 99%, Zr 1%の組成を有する15mm×15mm×2mmの大きさの試片である。

【0018】拡散被覆処理剤（バック剤）はAl粉末20%、塩化イットリウム3%、酸化アルミニウム77%の組成を有する混合物である。

【0019】セラミック容器内に上記組成の拡散被覆処理剤を充填し、その中に上記組成のニオブ合金材料を埋め込み、フタをした後真空炉に入れた。真空引き後アルゴンガスにより置換し、その後大気圧において、900°Cに3時間加熱してアルミニウム拡散被覆処理した。

【0020】このように処理されたニオブ合金材料を1300°Cで200分間大気中で酸化させ、単位面積あたりの重量増加を求めて耐酸化性を評価した。

【0021】比較例としてこれとは別に塩化イットリウムの代りに塩化アンモニウムを用いた以外は上記と同様にしてアルミニウム拡散被覆処理し、更に上記のように大気中で酸化させた後の単位面積当たりの重量増加を求め両者の耐酸化性を比較した。

【0022】この結果は図4に示すとおりであり、塩化\*

\*イットリウムを用いたときは代りに塩化アンモニウムを用いたときよりも酸化による重量増加は半分であり、耐酸化性が著しく改善されていることが明らかである。

【0023】

【発明の効果】このようにして本発明方法によればニオブ合金の耐酸化性を著しく改善することができ、たとえばSST/HSTなどの高速機の機体表面に使用される結合金具などの高温部材に適用することができるようになり本発明は誠に有効である。

10 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明によるアルミニウム・イットリウム拡散被覆方法を説明するための説明図。

【図2】図1の方法による耐酸化性改善作用を説明するための説明図。

【図3】本発明による拡散被覆処理剤中の三成分の最適配合比を示す三角図表。

【図4】本発明の実施例と比較例による耐酸化性試験結果を示す図表。

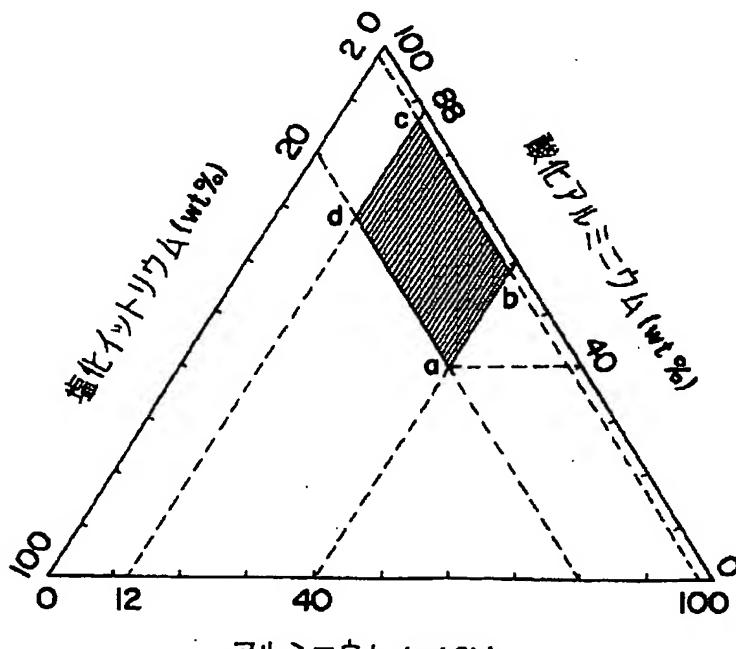
【符号の説明】

20 1 ニオブ合金材料

3 拡散被覆処理剤

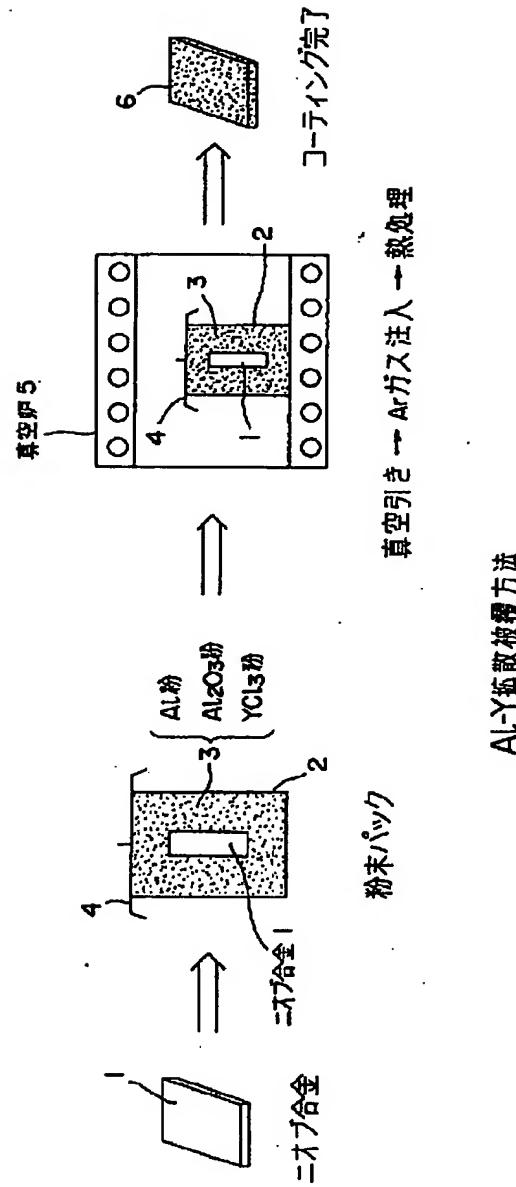
5 真空炉

【図3】

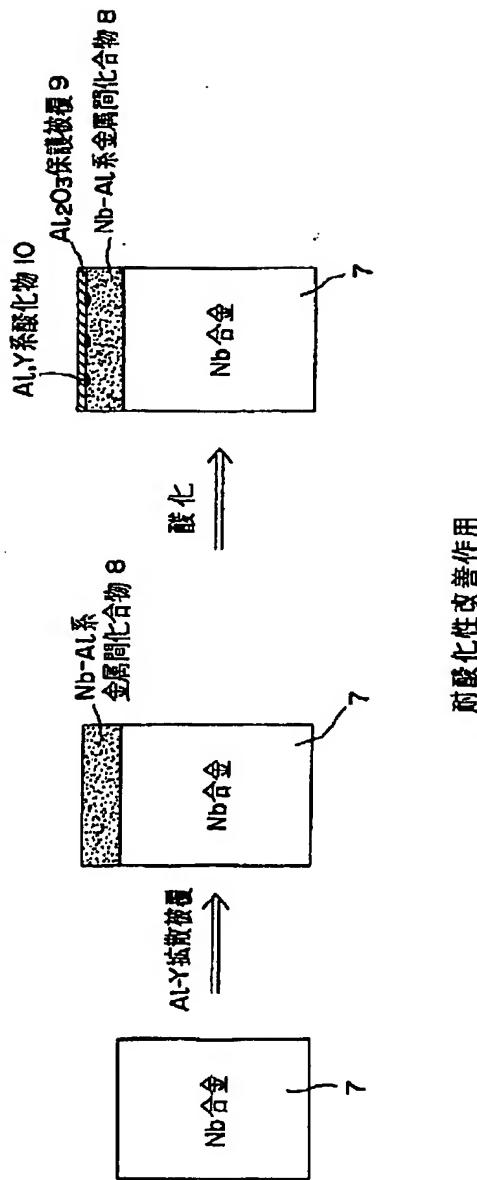


ニオブ-アルミニウム金属間化合物を形成する組成範囲

[図1]



[図2]



【図4】

